

УДК 66.017  
PACS 61.05.cp

## Анализ дифракции белого рентгеновского излучения на кристаллах методом Эвальда при определении угловых параметров кристаллической решётки

А. Я. Кочубей, И. А. Тренинков<sup>†</sup>

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ВИАМ)

<sup>†</sup>trigorya@gmail.com

С применением метода Эвальда проведен анализ формирования дифракционной картины при взаимодействии белого рентгеновского излучения с кристаллами в процессе дифрактометрической съёмки методом  $\omega$ -сканирования с применением точечного счётчика. Рассмотрено влияние таких параметров рентгеновской съёмки, как напряжение на рентгеновской трубке и угловое положение счётчика, на количество и интенсивность рефлексов на рентгенограммах. Показано, что углы между дифракционными максимумами на дифрактограммах, полученных  $\omega$ -сканированием с применением белого рентгеновского излучения, равны углам между соответствующими кристаллографическими плоскостями. С применением рассмотренной рентгеновской съёмки измерены углы и определены кристаллографические индексы отражающих плоскостей кристаллов некоторых простых веществ.

**Ключевые слова:** кристаллическая решётка, обратная решётка, белое рентгеновское излучение,  $\omega$ -сканирование, рентгеновская гониометрия.

*Поступила в редакцию 25.11.2020; после рецензии 18.01.2021; принята к опубликованию 29.01.2021*

## White X-ray radiation diffraction in crystals analysis by Ewald method in determining crystal lattice angular parameters

A. Ya. Kochubey, I. A. Treninkov<sup>†</sup>

Federal state unitary enterprise “All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials”

<sup>†</sup>trigorya@gmail.com

Using the Ewald method, the analysis a diffraction pattern formation in the interaction of white x-ray radiation with crystals in the process of diffraction shooting by the  $\omega$ -scanning method using a point counter is carried out. The influence of such parameters as x-ray voltage x-ray tube and the angular the counter position to the number and intensity of reflections on x-rays. It is shown that the angles between the diffraction maxima on the diffractograms obtained by  $\omega$ -scanning using white x-ray radiation are equal to the angles between the corresponding crystallographic planes. The angles and crystallographic indices of the reflecting crystals planes of some simple substances were measured using the considered x-ray survey.

**Keywords:** crystal lattice, reciprocal lattice, white x-ray radiation,  $\omega$ -scanning, x-ray goniometry.

*Received 25.11.2020; revised 18.01.2021; accepted 29.01.2021*

© Кочубей А.Я., Тренинков И. А., 2020



распространяется на условиях лицензии  
Creative Commons Attribution 4.0 International (CC BY 4.0).

doi: 10.17072/1994-3598-2021-1-40-48

## 1. Введение

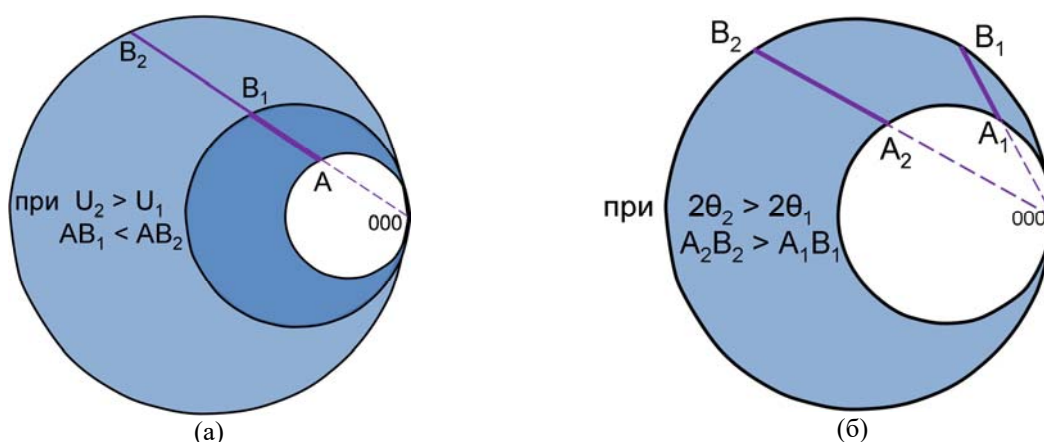
При создании современных летательных аппаратов возникает необходимость применения материалов с высокой удельной прочностью, обладающих сложным комплексом технологических и конструкционных свойств. Разработка таких материалов требует применения эффективных методов структурного анализа, в частности рентгенографии [1–4], максимально задействующей технические возможности современного рентгеновского оборудования. В свою очередь, технические возможности современных рентгеновских дифрактометров позволяют расширить методическую базу рентгеноструктурного анализа [5]. Так, в публикациях авторов, в частности [6], рассмотрены вопросы применения белого рентгеновского излучения в дифрактометрии (с точечным счётчиком) с целью определения сингонии решётки, типа элементарной ячейки, линейных параметров, а также угловых параметров кристаллов. Как следует из этих работ, угловые параметры могут быть определены по прямым полюсным фигурам (стереографическим проекциям), построенным при облучении вращающегося кристалла непрерывным рентгеновским спектром.

Экспериментальное построение стереографической проекции кристалла осуществляется с определенным угловым шагом (в частности,  $1.5\text{--}2^\circ$ ), поэтому ошибка определения углов между полюсами связана с величиной этого шага. Такой точности недостаточно для однозначного индирования полюсов на стереографической проекции, а также для решения других задач, в частности, для анализа напряжённого состояния кристалла.

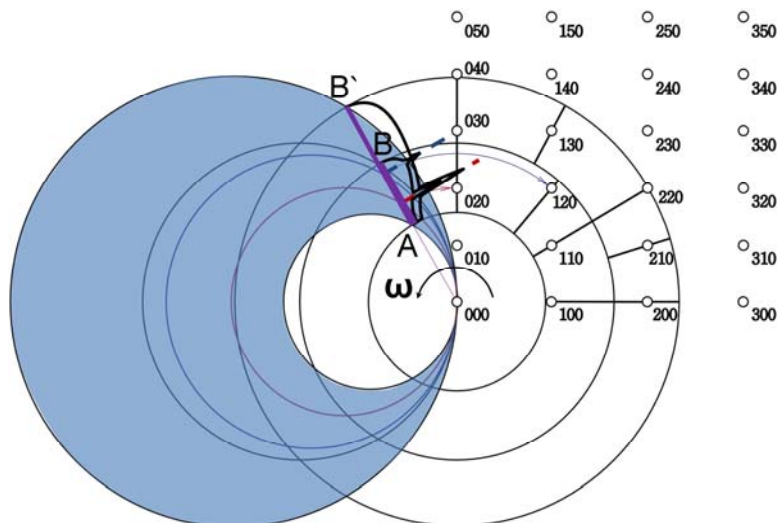
Данная работа посвящена анализу дифракции белого рентгеновского излучения на кристаллах методом Эвальда при дифрактометрических съёмках, позволяющих достигнуть точность измерения угловых параметров решётки, достаточную для однозначного индирования полюсов экспериментальной стереографической проекции, а также для решения других задач.

## 2. Теория

Для измерения угла между узловыми рядами обратной решетки исследуемого кристалла необходимо, чтобы при  $\omega$ -сканировании в белом излучении хотя бы один (любой) узел одного ряда и хотя бы один (любой) узел другого ряда пересекли область регистрации АВ отражений счётчиком, расположенным под углом  $2\theta$  (рис. 1). Это возможно в том случае, если в шаровом слое обратного пространства, ограниченном концентрическими сферами А (внешняя) и В (внутренняя), с общим центром в узле  $[[000]]$  обратной решетки, имеются узлы обоих рядов (хотя бы по одному узлу каждого ряда). Может оказаться, что при определенных параметрах съёмки  $U$ ,  $\theta$  в шаровой слой обратного пространства АВ не попадает ни один узел ряда первого ряда либо ни один узел второго ряда (либо обоих рядов). В таких случаях необходимо изменить параметры шарового слоя, в частности, увеличить его внешний радиус  $R_B$ . Уменьшить радиус  $R_A$  не представляется возможным, так как он определяется поглощающими свойствами материала окна применяемой рентгеновской трубки. Изменение области регистрации АВ возможно осуществить двумя способами:



**Рис. 1.** Увеличение области регистрации АВ в результате: а – увеличения внешнего диаметра области отражений; б – ее перемещения внутри области отражений (без изменения самой области отражений)



**Рис. 2.** Увеличение напряжения на рентгеновской трубке приводит к увеличению области отражений и, как следствие, к увеличению области регистрации  $AB$ , ( $AB' > AB$ )

1. сохраняя угловое положение отрезка (области) регистрации  $AB$  увеличить его длину, увеличивая расстояние точки  $B$  от нулевого узла, (рис. 1, *a*);

2. перемещая отрезок регистрации внутри области отражений из положения  $A_1B_1$  в положение  $A_2B_2$  (рис. 1, *b*).

Первый способ реализуется увеличением напряжения на рентгеновской трубке. При этом увеличивается радиус внешней ограничивающей сферы области отражений согласно формуле:

$$R_B = \frac{1}{\lambda_{\text{мин}}} = \frac{U}{12.4}, \quad [\text{Å}]$$

где  $U$  – напряжение на рентгеновской трубке, кВ, и, соответственно, увеличивается длина отрезка (области) регистрации  $AB' > AB$  рентгеновских отражений.

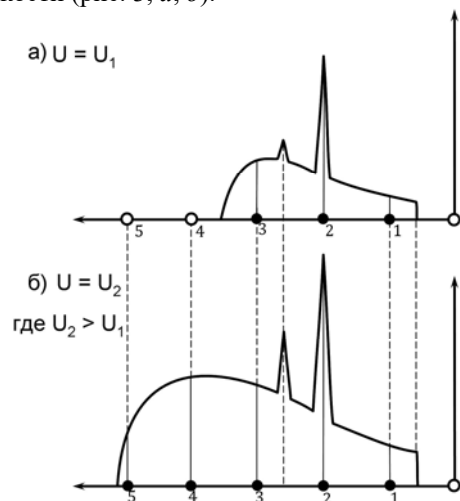
Как следует из схемы на рис. 2, при напряжении на трубке, которому соответствует области регистрации  $AB$ , возможно измерение (методом  $\omega$ -сканирования) углов только между направлениями семейств типа  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 120 \rangle$  ( $[[020]]$  – узел ряда (010), который относится к семейству  $\{100\}$ ). При напряжении, которому соответствует область регистрации  $AB'$  ( $AB' > AB$ ), становится возможным измерение углов между любыми из направлений семейств  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 120 \rangle$ , а также  $\langle 210 \rangle$  и  $\langle 130 \rangle$ . Очевидно, что чем больше сумма квадратов индексов узлового ряда обратной решётки, т.е. чем больше период ряда, тем более высокие напряжения на трубке требуются для возникновения отражения от соответствующей кристаллографической плоскости.

Появление дополнительных узлов в шаровом слое обратного пространства не является единственным дифракционным эффектом, связанным с увеличением напряжения на рентгеновской трубке. При увеличении напряжения имеет место уве-

личение интенсивности отражений, которое в условиях рассматриваемой рентгеновской съёмки обусловлено действием двух факторов:

1. увеличением интенсивностей всех волн спектра трубки;

2. увеличением количества узлов данного узлового ряда обратной решётки, формирующим результирующую (суммарную) интенсивность отражения от определенной кристаллографической плоскости (рис. 3, *a*, *b*).



**Рис. 3.** Схематичное изображение участка узлового ряда обратной решетки, попадающего в область регистрации при напряжении на трубке: *a* –  $U_1$ ; *b*)  $U_2 > U_1$

То есть если

$$I_{U_1} = I_{1,U_1} + I_{2,U_1} + I_{3,U_1} = \sum_{n=1}^3 I_{n,U_1},$$

а

$$I_{U_2} = I_{1,U_2} + I_{2,U_2} + I_{3,U_2} + I_{4,U_2} + I_{5,U_2} = \sum_{n=1}^5 I_{n,U_2},$$

то

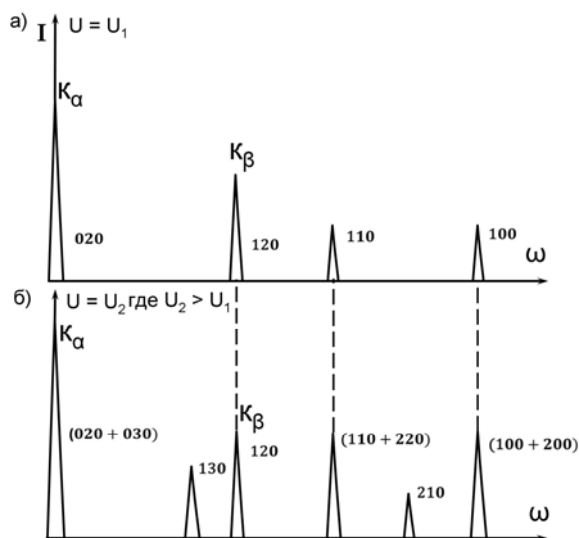
$$\sum_{n=1}^3 I_{n,U_1} < \sum_{n=1}^5 I_{n,U_2} .$$

Для случая, представленного на схеме рис. 2, увеличение напряжения на трубке от  $U_1$  до  $U_2$  и соответствующее ему изменение области регистрации отражений от АВ до АВ' приведет к изменению вида рентгенограмм, полученных  $\omega$ -сканированием с применением белого излучения (содержащего интенсивные  $K_\alpha$  и  $K_\beta$  линии характеристического спектра материала анода), показанного на рис. 4. В скобках показаны индексы узлов, суммарная светимость которых определяет интенсивность отражения от соответствующей системы (hkl) параллельных кристаллографических плоскостей. Наибольшая светимость имеет место для тех узлов обратной решетки, которые при  $\omega$ -сканировании пересекают отрезок регистрации АВ (или АВ') в точках пересечения этого отрезка сферы отражений с радиусами  $1/\lambda_{K\alpha}$  и  $1/\lambda_{K\beta}$ .

В этом способе увеличения  $R_B$  индексы наиболее интенсивных отражений (т.е.  $\lambda_{K\alpha}$  и  $\lambda_{K\beta}$ ) не изменяются.

Второй способ реализуется увеличением брэгговского угла, т.е. перемещением счётчика на более высокий угол  $2\theta$ . При этом увеличивается радиус шарового слоя, но не по причине, по которой увеличивается радиус  $R_B$  в первом способе, так как во втором способе радиус внешней ограничивающей сферы области отражений не изменяется. Точка В удаляется от нулевого узла обратной решетки, перемещаясь по внешней сфере области отражений (рис. 5). При увеличении угла  $\theta$  точка А области регистрации также удаляется от нулевого узла обратной решетки, но ширина шарового слоя ( $R_B - R_A$ ) увеличивается. Очевидно, что увели-

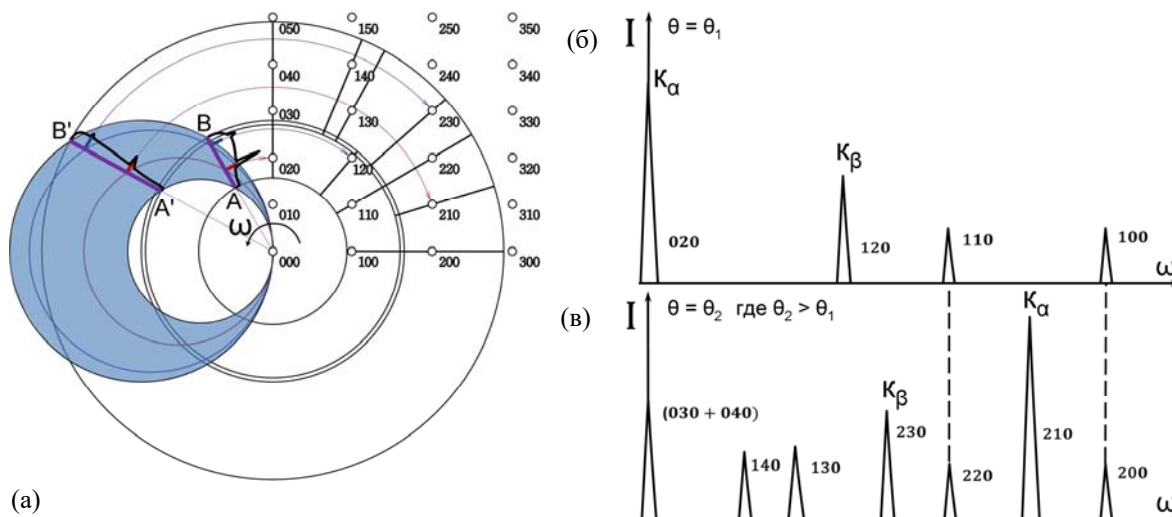
чение  $R_B$  приводит к увеличению количества узлов обратной решетки в шаровом слое, а увеличение  $R_A$ , наоборот, приводит к удалению части узлов из шарового слоя.



**Рис. 4.** Вид рентгенограмм, записанных  $\omega$ -сканированием в белом излучении при изменении области регистрации отражений от АВ до АВ' при напряжении на трубке: а –  $U_1$ ; б –  $U_2$

Согласно схеме на рис. 5, при угловом положении счётчика  $2\theta_1$ , которому соответствует область регистрации АВ, методом  $\omega$ -сканирования возможно измерение углов только между направлениями типа  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 120 \rangle$ .

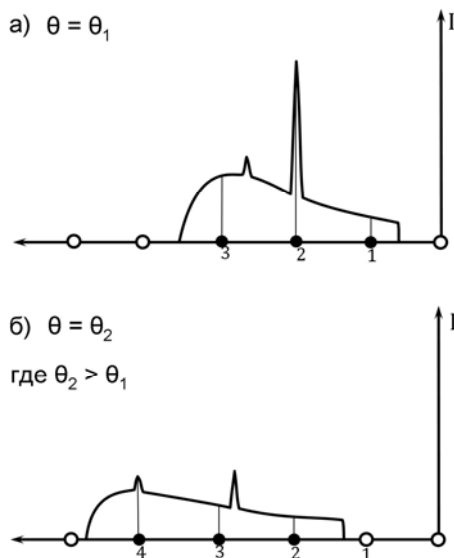
При угловом положении счётчика  $2\theta_2$ , которому соответствует область регистрации А'В' ( $A'B' > AB$ ), становится возможным измерение углов между любыми из направлений семейств



**Рис. 5.** Влияние брэгговского угла: а – изменение углового положения счётчика  $2\theta$  в направлении больших углов приводит к смещению области регистрации, а также к увеличению ее длины; область отражений при этом не изменяется. Вид рентгенограмм, записанных  $\omega$ -сканированием в белом излучении при изменении области регистрации отражений от АВ до А'В' при значении угла: б –  $\theta_1$ ; в –  $\theta_2$

$\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 130 \rangle$ ,  $\langle 140 \rangle$ ,  $\langle 210 \rangle$ ,  $\langle 230 \rangle$ . То есть в целом количество направлений увеличилось, но измерение угла с направлением  $[120]$  стало невозможным, так как ни один из узлов соответствующего ряда обратной решётки не находится внутри шарового слоя.

В данном способе увеличение угла  $2\theta$  приводит к более сложной закономерности изменения интенсивностей отражений. Согласно схеме на рис. 5 увеличение угла  $\theta$  способствует попаданию в шаровой слой узлов с более высокими номерами в узловом ряду, а также исключению из этого слоя узлов с малыми номерами (рис. 6).



**Рис. 6.** Схематическое изображение участка узлов обратной решетки, попадающего в область регистрации при угловом положении счетчика: а –  $2\theta_1$ ; б –  $2\theta_2$ ,  $\theta_1 < \theta_2$

Поэтому, если

$$I_{\theta_1} = I_{1,\theta_1} + I_{2,\theta_1} + I_{3,\theta_1} = \sum_{n=1}^3 I_{n,\theta_1},$$

а

$$I_{\theta_2} = I_{1,\theta_2} + I_{2,\theta_2} + I_{3,\theta_2} + I_{4,\theta_2} = \sum_{n=1}^4 I_{n,\theta_2},$$

то в данном способе величины интенсивностей отражений при  $\theta_1$  и  $\theta_2$  (т.е.  $\sum_{n=1}^3 I_{n,\theta_1}$  и  $\sum_{n=1}^4 I_{n,\theta_2}$ ) сопоставимы.

### 3. Методика и эксперимент

Дифрактограммы записаны с применением рентгеновского дифрактометра D\MAX-2500, оснащенного универсальной приставкой МРА-2000, в непрерывном спектре (без селективных монохроматора и фильтра) при одинаковом напряжении на медной рентгеновской трубке 40 кВ.

Дифрактограммы записаны с кристаллов:

- 1) молибдена  $[001]$ , ОЦК решётка;
- 2) кремния  $[111]$ , решётка типа алмаза;
- 3) никеля  $[001]$ , ГЦК решётка.

Практическое измерение углов между кристаллографическими плоскостями представляет собой последовательность следующих этапов:

1. Экспериментальное построение стереографической проекции кристалла в результате рентгеновской съёмки в белом излучении методом  $(\alpha\text{-}\beta)$ -сканирования при фиксированном угловом положении  $2\theta$  точечного счётчика.

2. Выбор на стереографической проекции определённой кристаллографической зоны, т.е. полюсов, находящихся на одном меридиане. Ось зоны ориентирована перпендикулярно соответствующей меридиональной плоскости.

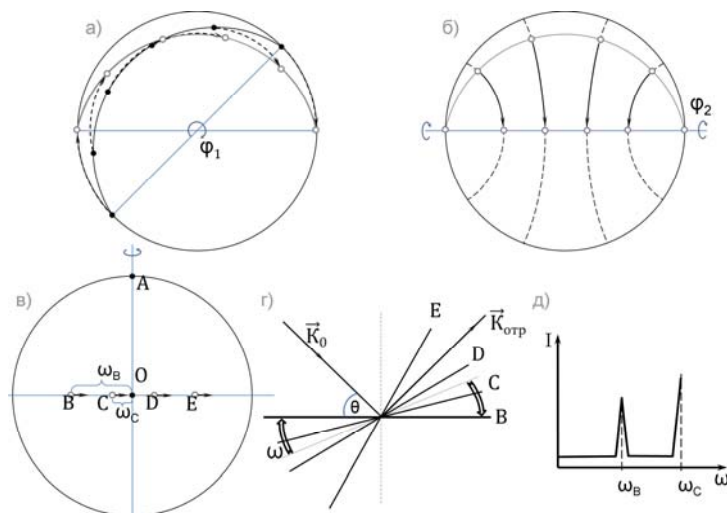
3. С применением соответствующей гониометрической приставки (посредством которой построена стереографическая проекция) двумя последовательными поворотами стереографической проекции вывести полюса зоны на горизонтальный диаметр круга проекции согласно схеме на рис.6.

Первый поворот осуществляется вокруг оси, расположенной перпендикулярно плоскости проекции, на угол, определяемый по построенной стереографической проекции (рис. 7, а). Второй поворот осуществляется вокруг оси, расположенной в плоскости проекции на угол, определяемый по проекции согласно схеме на рис. 7, б. Таким образом, ось этой кристаллографической зоны совпадает с осью дифрактометра, т.е. с  $\omega$ -осью вращения.

4. Методом  $\omega$ -сканирования с применением белого рентгеновского излучения (при фиксированном положении счетчика  $2\theta$ ) записать рентгенограмму, соответствующую исследуемой кристаллографической зоне (рис. 7, в, г, д). При  $\omega$ -сканировании (вращении кристалла вокруг оси гониометра при неподвижных трубке и счётчике) в белом излучении различные плоскости исследуемой кристаллографической зоны поочередно дают отражения в счётчик в моменты совпадения их нормалей с биссектрисой угла между падающим лучом и отрезком, соединяющим место облучения и счётчик. В соответствии с уравнением для коротковолновой границы непрерывного спектра трубки, а также с учётом ограниченности функции  $\sin \theta$  ( $|\sin \theta| \leq 1$ ), для каждой системы кристаллографических плоскостей  $(hkl)$ , такой, что  $d_{hkl} > 6.2n/U$ , в белом спектре существует волна с длиной  $\lambda$ , отражение которой зафиксирует счётчик (размерность множителя  $6.2 \text{ \AA}/\text{кВ}$  [14]). Все плоскости  $(hkl)$  исследуемой кристаллографической зоны, для которых  $d_{hkl} < 6.2n/U$ , не имеют отражений – это плоскости с высокими значениями кристаллографических индексов.

5. По  $\omega$ -шкале полученной рентгенограммы определить углы между дифракционными максимумами, которые при таком способе съёмки соответствуют углам между плоскостями данной кристаллографической зоны (рис. 7, д). Смещение  $\omega$ -





**Рис. 7.** Методика эксперимента: а, б – два последовательных поворота, в результате которых ось кристаллографической зоны совмещается с  $\omega$  – осью вращения (осью дифрактометра); в – при  $\omega$  – сканировании углы между отражениями соответствуют углам между плоскостями кристаллографической зоны; г – отражения от разных систем плоскостей  $(h_i k_i l_i)$  с отличающимися межплоскостными расстояниями при повороте кристалла последовательно попадает в счетчик, так как у любого из межплоскостных расстояний в непрерывном спектре существует длина волны, удовлетворяющая условию Вульфа-Брэгга; д – схематическое изображение рентгенограммы кристалла, полученной методом  $\omega$  – сканирования с применением белого излучения

шкалы не существенно, так как не изменяет величину разности  $(\omega_i - \omega_k)$ , которая равна измеряемому углу.

Кристаллы предварительно ориентированы для записи дифрактограмм с плотноупакованных направлений, в которых можно записать наибольшее количество рефлексов, т.е. для наглядности. В практической деятельности в предварительной ориентировке нет необходимости. Для неизвестного кубического кристалла достаточно записать дифрактограмму в любом направлении, рассчитать углы между зафиксированными рефлексами и по таблицам определить индексы плоскостей.

Дифрактограммы проиндексированы индексами отражающих плоскостей (индексы Миллера), а не индексами Лауэ, для удобства восприятия информации на дифрактограмме.

Кристалл молибдена просканирован от центра образца к периферии в двух направлениях, угол между которыми равен  $45^\circ$ . Для записи первой дифрактограммы выведена в отражающее положение плоскость (101). Путём поворота кристалла вокруг оси, лежащей в плоскости дифракции, методом  $\omega$ –сканирования при положении счетчика  $2\theta = 90^\circ$  записана дифрактограмма (рис. 8, а).

Индексирование проведено путём сравнения измеренных углов между плоскостями со значениями углов между плоскостями, с известными кристаллографическими индексами в кристаллах кубической сингонии.

Дифрактограмма зоны с осью 010 (рис. 8, а) соответствует угловому интервалу зоны, содержащему кристаллографические плоскости (107), (105), (103), (102), (305), (101), (503) и (301). Согласно закону погасания ОЦК решётки (сумма индексов разрешённого отражения равна чётному

числу) индексы плоскости (102) определены по отражению 204. Все плоскости зоны 010 из одного семейства расположены зеркально-симметрично друг к другу относительно плоскости (101).

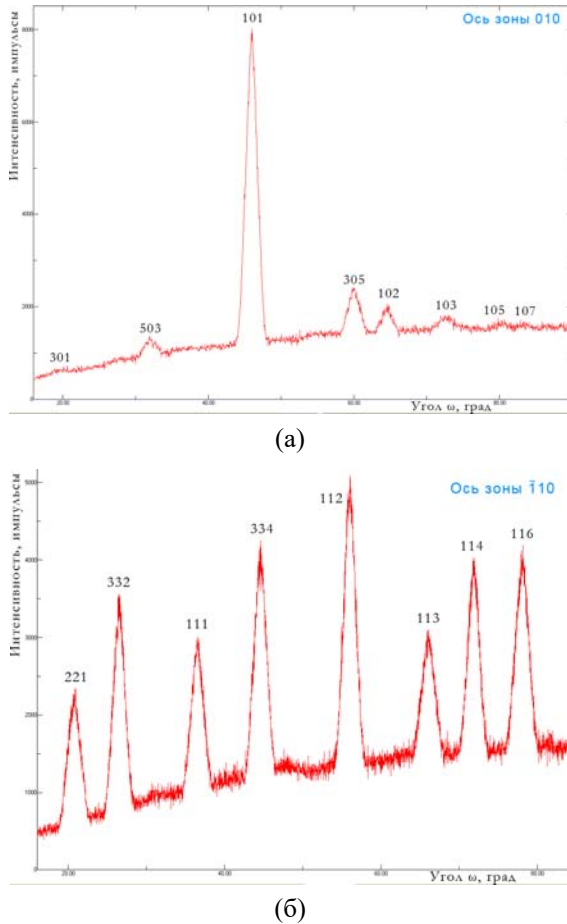
Следует иметь в виду, что интенсивность пика на рентгенограмме может представлять сумму интенсивностей отражений, соответствующих узлам одного узлового ряда обратной решетки. Например,  $I_{(100)} = I_{200} + I_{400} + I_{600}$  и т.д., где в левой части уравнения – индексы Миллера, а в правой – индексы Лауэ. Количество слагаемых в сумме определяется областью регистрации отражений, т.е. напряжением на трубке U и угловым положением  $2\theta$  счетчика. Углы между дифракционными максимумами на такой рентгенограмме равны углам между соответствующими кристаллографическими плоскостями. Эти углы измерены с помощью  $\omega$  – шкалы рентгенограммы, совпадающей с осью абсцисс.

Дифрактограмма кристаллографической зоны с осью  $\bar{1}10$  (рис. 8, б) записана после выведения в отражающее положение (111) и  $\omega$ –сканирования при угловом положении счетчика  $2\theta = 90^\circ$ . Угловым интервал включает в себя кристаллографические плоскости (116), (114), (113), (112), (334), (111), (332), (221). Индексы плоскости (113) определены по отражению 226, (111) – по 222, (221) – по 442.

При индексировании дифрактограмм в кубическом кристалле обнаружены разные пары кристаллографических плоскостей, имеющие одинаковые углы между плоскостями внутри пары. Некоторые из этих пар представлены в таблице.

То есть существуют пары кристаллографических плоскостей не из одного семейства, которые

относительно высокосимметричной плоскости зоны (для кубической решётки это (100), (110) и (111)) располагаются под одинаковым углом. В таких случаях для однозначного индирования отражающих плоскостей необходимо определение соответствующих межплоскостных расстояний, в частности, с применением методики, рассмотренной в [17].

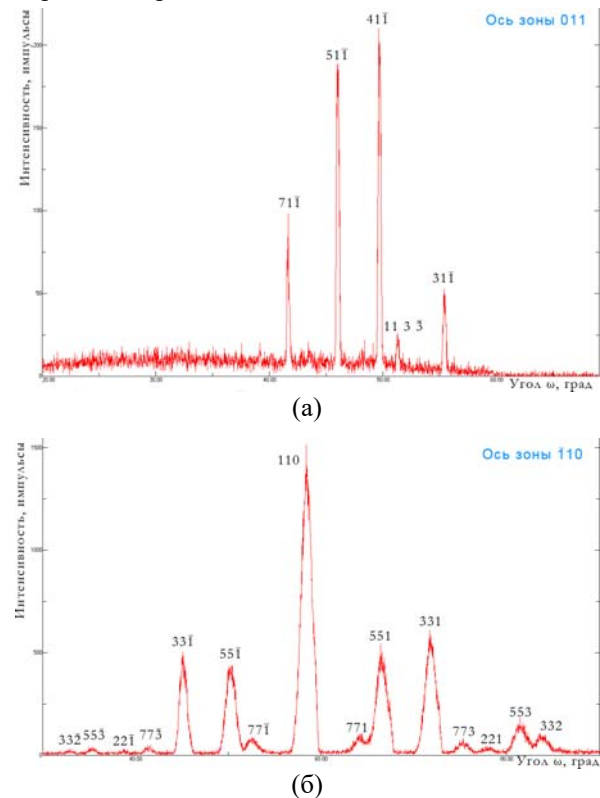


**Рис. 8.**  $\omega$ -сканирование кристалла молибдена в белом излучении. Напряжение на трубке 40 кВт,  $2\theta = 90^\circ$ : а – ось зоны 010; б – ось зоны  $\bar{1}10$

Углы между некоторыми плоскостями в кубическом кристалле

| Угол, град | Между плоскостями (1-я пара) | Между плоскостями (2-я пара) |
|------------|------------------------------|------------------------------|
| 7.13       | 103 и 105                    | 210 и 320                    |
| 8.13       | 102 и 103                    | 310 и 210                    |
| 4.40       | 305 и 102                    | 410 и 310                    |
| 14.04      | 101 и 305                    | 100 и 410                    |
| 6.21       | 114 и 116                    | 221 и 331                    |
| 5.77       | 113 и 114                    | 332 и 221                    |
| 10.02      | 112 и 113                    | 111 и 332                    |
| 11.42      | 334 и 112                    | 223 и 111                    |
| 8.05       | 111 и 334                    | 112 и 223                    |
| 10.02      | 332 и 111                    | 113 и 112                    |
| 5.77       | 221 и 332                    | 114 и 113                    |

Кристалл кремния просканирован в радиальном и азимутальном направлениях относительно центра образца, сходящихся в периферийном узле  $[[11\bar{1}]]$ . Для записи дифрактограммы в азимутальном направлении предварительно ориентирована плоскость (100). Путём поворота кристалла вокруг оси, перпендикулярной плоскости дифракции, методом  $\omega$ -сканирования при угловом положении счетчик  $2\theta = 60^\circ$  записана дифрактограмма (рис. 9, а). Дифрактограмма зоны с осью 011 соответствует угловому интервалу зоны, содержащему кристаллографические плоскости  $(71\bar{1})$ ,  $(51\bar{1})$ ,  $(41\bar{1})$ ,  $(11\bar{3}\bar{3})$  и  $(31\bar{1})$ . Правило погасания для решётки типа алмаза: все индексы нечетные и те четные, сумма которых делится на 4. Поэтому рефлекс  $41\bar{1}$  на дифрактограмме является вторым порядком отражения от этой плоскости –  $82\bar{2}$ .

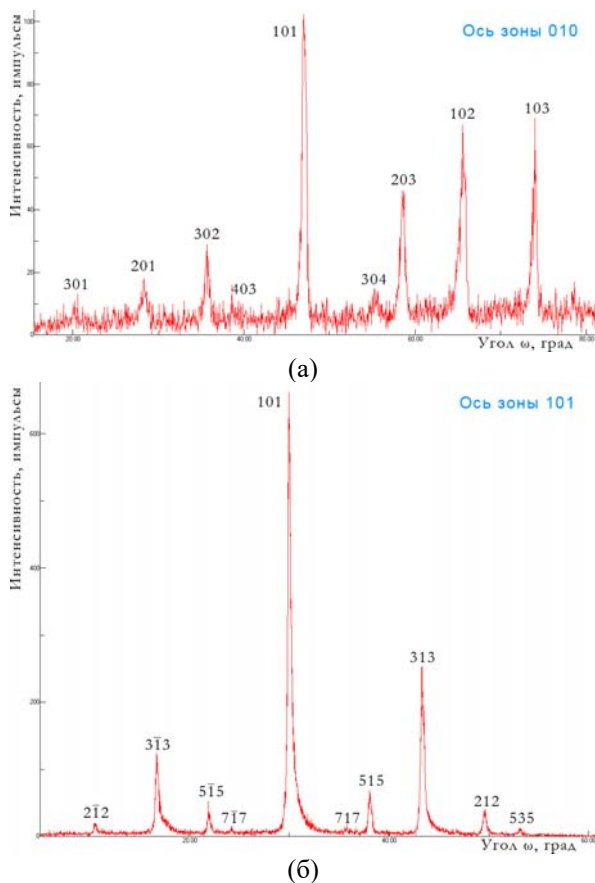


**Рис. 9.**  $\omega$ -сканирование кристалла кремния в белом излучении. Напряжение на трубке 40 кВ: а – ось зоны 011,  $2\theta = 60^\circ$ ; б – ось зоны  $\bar{1}10$ ,  $2\theta = 50^\circ$

Дифрактограмма кристаллографической зоны с осью  $\bar{1}10$  (рис. 9, б) записана в радиальном направлении после выведения в отражающее положение  $(11\bar{1})$  и  $\omega$ -сканировании при угловом положении счетчика  $2\theta = 50^\circ$ . Угловым интервалом включает в себя кристаллографические плоскости  $(332)$ ,  $(553)$ ,  $(221)$ ,  $(773)$ ,  $(331)$ ,  $(551)$ ,  $(771)$ ,  $(110)$ ,  $(77\bar{1})$ ,  $(55\bar{1})$ ,  $(33\bar{1})$ ,  $(77\bar{3})$ ,  $(22\bar{1})$ ,  $(55\bar{3})$  и  $(33\bar{2})$ . Линии  $(332)$ ,  $(110)$ , и  $(33\bar{2})$  на дифрактограмме соответствуют второму порядку отражения от

этих плоскостей –  $(664)$ ,  $(220)$  и  $(66\bar{4})$  соответственно.  $(221)$  и  $(22\bar{1})$  – четвёртому порядку отражения  $(884)$  и  $(88\bar{4})$ .

Кристалл никеля просканирован в радиальном и азимутальном направлениях, пересекающихся в узле  $[[101]]$ . На рис. 10, а представлена дифрактограмма зоны с осью  $010$ , записанная путём поворота кристалла вокруг оси, лежащей в плоскости дифракции, методом  $\omega$ -сканирования при угловом положении счетчика  $2\theta = 80^\circ$ . Кристалл предварительно ориентирован плоскостью  $(101)$ . На дифрактограмме – девять рефлексов:  $(103)$ ,  $(102)$ ,  $(203)$ ,  $(304)$ ,  $(101)$ ,  $(403)$ ,  $(302)$ ,  $(201)$  и  $(301)$ . По правилу погасания для ГЦК решётки допустимы отражения, индексы которых имеют одинаковую чётность. Поэтому индексы рефлексов на дифрактограмме определены по отражениям  $(206)$ ,  $(204)$ ,  $(406)$ ,  $(608)$ ,  $(202)$ ,  $(806)$ ,  $(604)$ ,  $(402)$  и  $(602)$  соответственно.



**Рис. 10.**  $\omega$ -сканирование кристалла никеля в белом излучении. Напряжение на трубке 40 кВт; а – ось зоны  $010$ ,  $2\theta = 80^\circ$ ; б – ось зоны  $\bar{1}10$ ,  $2\theta = 60^\circ$

Для записи дифрактограммы в азимутальном направлении также выведена в отражающее положение плоскость  $(101)$ . Запись проведена путём поворота кристалла вокруг оси, перпендикулярной плоскости дифракции методом  $\omega$ -сканирования при угловом положении счетчика  $2\theta = 60^\circ$

(рис. 10, б). В результате индирования установлено, что рефлексы на дифрактограмме получены от следующих плоскостей зоны  $101$ :  $(535)$ ,  $(212)$ ,  $(313)$ ,  $(515)$ ,  $(717)$ ,  $(101)$ ,  $(7\bar{1}7)$ ,  $(5\bar{1}5)$ ,  $(3\bar{1}3)$  и  $(2\bar{1}2)$ . Индексы плоскости  $(212)$  определены по отражению  $424$ ,  $(101)$  – по  $202$ ,  $(2\bar{1}2)$  – по  $4\bar{2}4$ .

При  $\omega$ -сканировании может представлять интерес применение энергодисперсионного детектора, который позволяет определять длину отражённой волны. При известном угловом положении счётчика  $2\theta$  и длины волны отражённого луча, по формуле Вульфа-Брега рассчитывается межплоскостное расстояние и период решётки кристалла.

Представленный метод позволяет рассчитать матрицу упругой деформации, углы и периоды любых решёток кристаллов. Количество дифрактограмм, необходимых для идентификации кристалла, зависит от количества неизвестных параметров решётки.

Метод позволяет экспрессно по одной дифрактограмме неизвестного монокристалла (справедливо для кубического кристалла), записанной в белом излучении, определить матрицу деформации и основные характеристики решётки – тип и параметры.

#### 4. Заключение

Как следует из сравнения данных экспериментальных измерений с расчётными (табличными) значениями углов между плоскостями кристаллических решеток кубической сингонии, различие составляет десятые и даже сотые доли градуса. Таким образом, можно сделать вывод, что дифрактометрическая съёмка кристаллов методом  $\omega$ -сканирования с применением белого рентгеновского излучения (т.е. непрерывного спектра рентгеновской трубки) является эффективным средством прецизионного измерения углов между плоскостями кристаллической решётки. Точность измерения углов при такой съёмке достаточна для однозначного определения кристаллографических индексов плоскостей кристалла, включая плоскости, разориентированные на малые углы  $2-3^\circ$ .

#### Список литературы

1. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Новиков А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982. 632 с.
2. Блохин М. А. Физика рентгеновских лучей. М.: Гос. изд-во технико-теорет. лит., 1957. 518 с.
3. Новиков И. И., Розин К. М. Кристаллография и дефекты кристаллической решетки: учеб. для вузов. М.: Металлургия, 1990. 336 с.
4. Васильев Д. М. Дифракционные методы исследования структур М.: Металлургия, 1977. 247 с.



5. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: Металлургия, 1970. 366 с.
6. Кочубей А. Я., Тренинков И. А. Анализ дифракции белого рентгеновского излучения на кристаллах методом Эвальда при построении прямых полюсных фигур // Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн., 2018. № 5–6. С. 71–77. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 05.04.2019).
2. Blokhin M. A. *Physics of X-rays*. Oak-Ridge, USA: U.S. Atomic Energy Commission, 1957. 429 p.
3. Novikov I. I., Rozin K. M. *Crystallography and crystal lattice defects*. Moscow: Metallurgy, 1990. 336 p. (In Russian).
4. Vasiliev D. M. *Diffraction methods for studying structures*. Moscow: Metallurgy, 1977. 247 p.
5. Gorelik S. S., Skakov Yu. A., Rastorguev L. N. *Radiographic and electron-optical analysis*. Moscow: Metallurgy, 1970, 366 p. (In Russian).
6. Kochubey A. Ya., Treninkov I. A. Analysis of white X-ray diffraction on crystals by Ewald method in the construction of straight pole figures. *News of materials science. Science and technology: electronic journal*, 2018, no. 5–6. pp. 71–77. URL: <http://www.materialsnews.ru> (date accessed: 05.04.2019).

## References

1. Umansky Ya. S., Skakov Yu. A., Novikov A. N., Rastorguev L. N. *Crystallography, roentgenography and electron microscopy*. Moscow: Metallurgy, 1982. 632 p. (In Russian)

## Просьба ссылаться на эту статью в русскоязычных источниках следующим образом:

Кочубей А. Я., Тренинков И. А. Анализ дифракции белого рентгеновского излучения на кристаллах методом Эвальда при определении угловых параметров кристаллической решётки // Вестник Пермского университета. Физика. 2021. № 1. С. 40–48. doi: 10.17072/1994-3598-2021-1-40-48

## Please cite this article in English as:

Kochubey A. Ya., Treninkov I. A. White X-ray radiation diffraction in crystals analysis by Ewald method in determining crystal lattice angular parameters. *Bulletin of Perm University. Physics*, 2021, no. 1, pp. 40–48. doi: 10.17072/1994-3598-2021-1-40-48

## Сведения об авторах

1. Александр Яковлевич Кочубей, канд. техн. наук, ведущий инженер, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ВИАМ), ул. Радио, д. 17, Москва, 105005
2. Игорь Александрович Тренинков, канд. техн. наук, ведущий инженер, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ВИАМ), ул. Радио, д. 17, Москва, 105005

## Author information

1. Aleksandr Ya. Kochubey, Candidate of Engineering Sciences, Lead Engineer, Federal state unitary enterprise “All-Russian scientific research institute of aviation materials”, Radio str. 17, 105005, Moscow, Russia
2. Igor A. Treninkov, Candidate of Engineering Sciences, Lead Engineer, Federal state unitary enterprise “All-Russian scientific research institute of aviation materials”, Radio str. 17, 105005, Moscow, Russia